

PUBLICATION NUMBER : 58104132
PUBLICATION DATE : 21-06-83

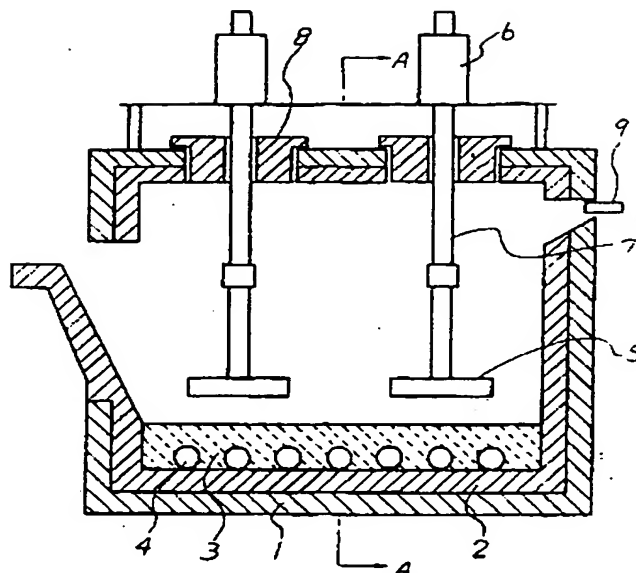
APPLICATION DATE : 14-12-81
APPLICATION NUMBER : 56201181

APPLICANT : MITSUBISHI KEIKINZOKU KOGYO KK;

INVENTOR : MATSUOKA SHIRO;

INT.CL. : C22B 21/06

TITLE : PURIFYING METHOD FOR ALUMINUM



ABSTRACT : PURPOSE: To purify Al by a fractional crystallization method on an industrial scale by charging molten Al into a container and carrying out cooling from the bottom of the container and heating from the surface of the molten Al while agitating the molten Al to successively deposit Al crystals from the bottom of container.

CONSTITUTION: A carbonaceous material layer 3 with high heat conductivity is formed on the bottom of a container composed of a heat insulating brick layer 1 and a refractory brick layer 2, and a pipe 4 for circulating a cooling medium is buried in the layer 3. Molten Al is charged into the container, and agitators 5 are put in the container to agitate the molten Al. By circulating a cooling medium through the pipe 4, the layer 3 is cooled to a temp. below the m.p. of Al to solidify the molten Al upward from the bottom. At the same time, the surface of the molten Al is heated with a gas burner 9 or the like. In accordance with the deposition of Al crystals, the agitators 5 are gradually pulled up to keep the gap between the crystal growing surface and the agitators 5 uniform. After depositing a prescribed amount of crystals, the residual molten Al is discharged from the container.

COPYRIGHT: (C)1983,JPO&Japio

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭58-104132

⑤ Int. Cl.³
C 22 B 21/06

識別記号

庁内整理番号
7128-4K

⑬ 公開 昭和58年(1983)6月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ アルミニウムの純化方法

① 特 願 昭56-201181
② 出 願 昭56(1981)12月14日
③ 発 明 者 橋本高志
横浜市緑区長津田町2000番地34
④ 発 明 者 川上博
横浜市さつきが丘6番地20
⑤ 発 明 者 関義則

横浜市緑区田奈町23番地 4

⑥ 発 明 者 市川三雄
上越市港町一丁目25番16号
⑦ 発 明 者 松岡司郎
上越市福田522番地
⑧ 出 願 人 三菱軽金属工業株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目 5
番 2 号
⑨ 代 理 人 弁理士 長谷川一 外 1 名

明 細 書

1 発明の名称

アルミニウムの純化方法

2 特許請求の範囲

(1) 熱伝導率の大きい炭素質材料で構成されており、かつその内部に冷却媒体流通管を有する水平な床を備えた容器に溶融アルミニウムを収容し、該溶融アルミニウム中に攪拌機を挿入して攪拌しながら、一方では該冷却媒体流通管に冷却媒体を流通させ、他方では該溶融アルミニウムの表面を加熱することにより、床表面にアルミニウム結晶を析出させ、かつ床表面へのアルミニウム結晶の析出に伴い攪拌機を漸次上方に引き上げることにより、結晶生長面と攪拌機との間隔を、結晶析出の間隔に一定に維持し、所定量の結晶が析出したならば残存する溶融アルミニウムを容器から排出することを特徴とするアルミニウムの純化方法。

(2) 溶融アルミニウムを収容する容器の側壁から、側壁を通しての溶融アルミニウムからの熱損失が実質的に生起しないように、断熱構造となつてゐることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のアルミニウムの純化方法。

3 発明の詳細な説明

本発明はアルミニウムの純化方法に関するものであり、詳しくは不純な溶融アルミニウムから、分別結晶法により、高純度のアルミニウムを取得する方法に関するものである。

分別結晶法により高純度のアルミニウムを製造する方法はいくつか提案されている(特公昭49-5806、50-20536、特開昭55-89439、56-55530および56-112429参照)。これらの方法では、分配係数がより小さい不純物元素、例えば鉄、珪素などは、析出するアルミニウム結晶から排除されて母液中に残留する。従つて母液と晶出アルミニウムとを適宜の方法で分離することにより、高純度のアルミニウムを取得することが

特開昭58-104132 (2)

できる。

本発明は工業的に大規模に実施するのに好適な、分別結晶法によるアルミニウムの純化方法を提供するものである。

本発明方法によれば、熱伝導率の大きい炭素質材料で構成されており、かつその内部に冷却媒体流通管を有する水平な床を備えた容器に溶融アルミニウムを收容し、該溶融アルミニウム中に攪拌機を挿入して攪拌しながら、一方では該冷却媒体流通管に冷却媒体を流通させ、他方では該溶融アルミニウムの表面を加熱することにより、床表面にアルミニウム結晶を析出させ、かつ床表面へのアルミニウム結晶の析出に伴い攪拌機を漸次上方に引き上げることにより、結晶生長面と攪拌機との間隔を、結晶析出の間隔は一定に維持し、所定量の結晶が析出したならば残存する溶融アルミニウムを容器から排出することにより、不純なアルミニウムから高純度のアルミニウムを取得することができる。

本発明を更に詳細に説明するに、第1図および

第2図は本発明方法を実施するのに好適な装置の一例の断面図である。この装置は、方形、例えば2m×2mの浅い鍋状でその一方の側壁の上部を欠いて溶融アルミニウムの排出口を形成してある下部構造と、その上部を覆う上部構造と、該上部構造に支持した攪拌装置とから成っている。図中、(1)は断熱レンガ層、(2)は耐火レンガ層である。耐火レンガ層のうち、溶融アルミニウムと接触する側壁部分には、溶融アルミニウムを汚染しないもの、例えば高アルミナ質耐火レンガを用いる。若し所望ならば、溶融アルミニウムと接触する側壁部分も、底面と同じく、耐火レンガ層の上に更に炭素質材料で内張りを通して熱が底面の炭素質材料層に実質的に流出しないような構造とする。(3)は熱伝導率の大きい炭素質材料の層である。通常、この層はアルミニウム電解槽の陰極と同じく、炭素ブロックを並べ、その間隙に炭素質結合材を充填することにより構成される。炭素ブロックとしては

黒鉛ないしは準黒鉛質のものが好ましい。この炭素質材料層中には冷却媒体流通管(4)が埋設されている。(5)は攪拌機であり、溶融アルミニウムに接する部分は溶融アルミニウムを汚染しない材料、好ましくは黒鉛で構成されている。(6)は攪拌機の駆動装置であり、駆動中に攪拌機の軸(7)を上昇せうるようになっている。軸(7)は上方部材と下方部材とを溶融アルミニウムから露出した部分において、断熱材を介して結合した構造とするのが好ましい。このような構造とすると、機械的強度を保持するため上方部材を冷却しても下方部材が冷却されないで、溶融アルミニウムが攪拌機上に析出するのを防止することができる。(8)は上方を覆う蓋であり、攪拌機を装置外に取り出し得るように取り外し可能となつている。(9)は加熱用のガスバーナーである。

図示の装置を用いてアルミニウムの純化を行なう方法について説明すると、先ず装置内に溶融アルミニウムを入れ、これに攪拌機(5)を挿入

して攪拌する。攪拌機の下端はできるだけ底面に近く位置するようにする。次いで冷却媒体流通管(4)に空気等の冷却媒体を流通させて、炭素質材料層(3)をアルミニウムの融点以下に冷却する。これにより溶融アルミニウムは底面から上方に向つて凝固を開始する。本発明においては、アルミニウムの析出速度を底面全体にわたつてできるだけ同一となるようにすることが必要である。そのため、底面を構成する炭素質材料として熱伝導率の大きいものを用いると共に、冷却媒体流通管の適正な配置により、底面の温度がその全体にわたつてできるだけ均一となるようにする。

アルミニウムの析出の間、攪拌機を作動させて、固液界面における溶融アルミニウムの流動を維持する。これにより、晶析に際して溶融アルミニウム中に排除された不純物は、直ちに固液界面から取り去られる。また、固液界面における溶融アルミニウムの流動は、結晶が樹枝状に発達するのを阻止する作用を有する。これに

より樹枝状結晶間に多量の溶融アルミニウムが保留されて、得られる固体アルミニウムの純度が低下することを防止することができる。

攪拌は固液界面に常に強い溶融アルミニウムの流動を維持するように行なうことが必要である。そのためには、攪拌機を固液界面に近く位置させ、かつ結晶の生長につれて攪拌機を漸次引き上げることにより、攪拌機と固液界面との距離を常に一定範囲内に維持するようにする。通常は攪拌機の下端が固液界面から10~100mmの範囲内にあるようにするのが好ましい。攪拌機の引上げ速度は、冷却媒体流通管を流れる冷却媒体を経て除去される熱量からアルミニウムの晶出量を算出することにより、決定することができる。攪拌機の引上げは、間欠的であつてもよい。

本発明方法では、アルミニウムの晶析の間、アルミニウムの表面を加熱して、底面以外にアルミニウムが析出しないようにする。若し、表面からの加熱を行わなければ、表面からの熱

損失により表面で晶析がおこる。また、溶融アルミニウムと接触する側壁は、断熱構造としておいても若干の熱損失は避けられないので、側壁上にもアルミニウムが析出するおそれがある。このような底面以外へのアルミニウムの析出は、本発明方法によるアルミニウムの高純度化を阻害するので、表面から加熱して底面以外へのアルミニウムの析出を阻止する。アルミニウム表面の加熱は、通常は上部構造に取付けたガスバーナーにより行なうが、電熱により行なうこともできる。加熱は連続的でも断続的でもよいが、溶融アルミニウムが融点より若干高い温度、通常は 662°C に維持されるように行なえばよい。

所定量のアルミニウムが底面上に析出したならば、残存する溶融アルミニウムを装置から排出する。この排出は、通常は装置を傾動させて、溶融アルミニウムを排出口より流出させることにより行なう。この際、加熱装置により残存する溶融アルミニウムを急速に加熱するのが有利

である。これにより溶融アルミニウムの粘度が低下して容易に流出するようになると共に、晶析したアルミニウムの上面が若干溶融して、不純な溶融アルミニウムが晶析したアルミニウムに付着して残留するのを防止することができる。加熱は、残存溶融アルミニウムが容易に流出する温度まで行なえばよい。通常は $665\sim 667^{\circ}\text{C}$ まで加熱して残存溶融アルミニウムを流出させる。若し、析出アルミニウムの過度の溶融を避け得るように急速に加熱することが可能ならば、もつと高い温度まで加熱してもよい。残存する溶融アルミニウムの排出が終了したならば、晶析したアルミニウムを加熱溶融させ、上記と同様にして装置から排出し、所定の形状に鋳造して製品とする。

本発明方法におけるアルミニウムの純化率は、アルミニウムの晶析速度、攪拌の強さおよび晶析率により変化する。晶析速度は小さいほど純化率は向上する。通常は10~150mm/時の晶析速度が採用される。攪拌も強いほど純化

率は向上する。攪拌の強さとしては、攪拌翼の先端速度として通常、1~10m/秒の範囲が採用される。なお、攪拌は攪拌エネルギーが固液界面に集中するようにするのが好ましい。晶析率は大きいほど純化率が低下する。従つて通常は装置に装入した溶融アルミニウムの30~70%、好ましくは40~50%が晶析した時点で晶析を停止する。なお、晶析中に装置に溶融アルミニウムを供給・排出することも不可能ではないが、装置内における溶融アルミニウムの温度の制御が困難であり、好ましい方法ではない。

本発明方法によれば、不純な溶融アルミニウムから容易に高純度のアルミニウムを取得することができる。例えば、鉄1670ppm、珪素350ppmを含む溶融アルミニウムを本発明方法により、攪拌翼の先端速度33m/秒、晶析速度40mm/時で晶析率が50%に達するまで晶析させると、 662°C 鉄200ppm、珪素85ppmまで純化されたアルミニウムを得ることが

できる。

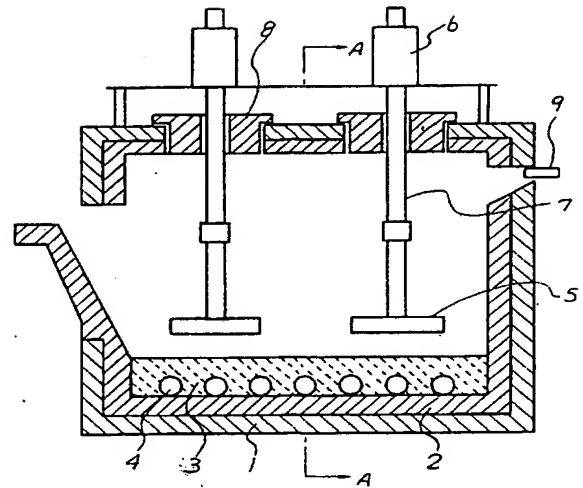
4 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を実施するのに適した装置の一例の本体部分の断面と攪拌機とを示す図である。

第2図は第1図の装置のA-Aに沿う断面図である。

- | | |
|-----------|-----------|
| 1 断熱レンガ層 | 2 耐火レンガ層 |
| 3 炭素質材料層 | 4 冷却媒体流通管 |
| 5 攪拌機 | 6 駆動装置 |
| 7 攪拌機軸 | 8 蓋 |
| 9 ガスパージャー | |

特許出願人 三菱軽金属工業株式会社
代理人 弁理士 長谷川 一
ほかノ名



第2図

